

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑪ DE 3206143 A1

⑳ Aktenzeichen: P 32 06 143.9
㉔ Anmeldetag: 20. 2. 82
㉕ Offenlegungstag: 1. 9. 83

⑤① Int. Cl. 3:
C03 B 37/075
C 03 B 37/025
C 03 C 13/00
C 03 C 17/00
C 03 C 25/00

DE 3206143 A1

㉑ Anmelder:

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH, 6000 Frankfurt,
DE

㉒ Erfinder:

Huber, Hans-Peter, Dipl.-Phys., 7910 Neu Ulm, DE;
Petermann, Klaus, Dr.-Ing., 7900 Ulm, DE;
Maslowski, Stefan, Dr.-Ing., 7913 Senden-Aufheim,
DE

⑤⑥ Recherchenergebnisse nach § 43 Abs. 1 PatG:

DE-OS	31 05 295
DE-OS	24 15 052
FR	23 28 672
GB	20 43 624
US	43 06 897
JP	45 839-81

⑤④ Verfahren und Anordnung zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind

Die Erfindung betrifft ein kostengünstiges Herstellungsverfahren einer chemisch und physikalisch hochgenauen Vorform, aus der kostengünstig eine mehrere Kilometer (≥ 40 km) lange hochgenaue optische Faser ziehbar ist, die insbesondere einen niedrigen OH^- -Ionengehalt aufweist. Dieses wird dadurch erreicht, daß ein stab- oder rohrförmiger Anfangskörper, z.B. aus Graphit, auf einer äußeren Mantelfläche gleichzeitig mit mindestens einer glasbildenden Schicht versehen wird.
(32 06 143)

DE 3206143 A1

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH
Theodor-Stern-Kai 1
D-6000 Frankfurt (Main) 70

PTL-UL/Ja/rB
UL 82/13 kb.
UL 82/23

Patentansprüche

- ① Verfahren zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind, bei dem auf der äußeren Mantelfläche eines sich um seine Längsachse drehenden zylindrischen Anfangskörper mindestens eine glasbildende Schicht abgeschieden wird, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest eine zur Bildung der Schicht wesentliche Komponente dem Anfangskörper (1) im wesentlichen auf seiner gesamten Länge zugeführt wird und daß der Anfangskörper (1) derart erwärmt wird, daß die Bildung der Schicht im wesentlichen gleichzeitig entlang mindestens einer Mantellinie des Anfangskörpers erfolgt.
- 05 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als schichtbildende Komponente mindestens ein gasförmiger und/oder ein flüssiger und/oder ein fester Ausgangsstoff
- 10 15 verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Anfangskörper (1) ein stab- oder

...

rohrförmiger, elektrisch leitender Träger verwendet wird, der durch einen elektrischen Stromfluß in Längsrichtung derart erwärmt wird, daß mindestens eine Glasruß-Schicht und/oder eine glasige Schicht gebildet wird, und daß der
05 Träger nach dem Abscheiden der Schicht(en) entfernt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein rohrförmiger Träger verwendet wird, dessen Innenraum während des Abscheidens der Schicht(en) mit einem sauerstoffarmen Schutzgas gespült wird, und daß der Träger an-
10 schließend durch eine Oxidation entfernt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der rohrförmige Träger im wesentlichen aus Graphit besteht und daß die Oxidation durch gasförmigen Sauerstoff (O_2) erfolgt.

15 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zur Bildung der Schicht mindestens eine vorerhitzte Komponente verwendet wird.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß auf den Anfangskörper (1) in radialer Richtung unterschiedlich dotierte Schichten abge-
20 schieden werden, deren optische Brechzahl und deren Aufschmelztemperaturen kleiner werden bei wachsendem Radius.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Dotierung der Schichten Fluor und/oder Bor verwendet
25 wird.

9. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 8, gekennzeichnet durch folgende Merkmale:

...

- a) ein zu beschichtender Bereich des Anfangskörpers (1) ist allseitig von einem Reaktionsgefäß (2) umgeben, das mindestens eine schlitzförmige Durchführung (5, 6) besitzt, die im wesentlichen parallel ist zur
05 Längsachse des Anfangskörpers (1) und die im wesentlichen die gleiche Länge besitzt wie der zu beschichtende Bereich
- b) außerhalb des Reaktionsgefäßes (2) befindet sich mindestens eine Lagerung (3), die eine Drehung des Anfangskörpers (1) und/oder des Reaktionsgefäßes (2) ermöglicht, die eine elektrische Stromzuführung zu dem Anfangskörper bewirkt und die eine Gasspülung des Innenraums des Anfangskörpers ermöglicht.
- 10
10. Anordnung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß
15 das Reaktionsgefäß (2) auf der dem Anfangskörper (1) zugewandten Seite verspiegelt und/oder gekühlt ist.
11. Anordnung nach Anspruch 9 oder Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß dem Reaktionsgefäß (2) durch mindestens eine Durchführung (5) glasbildende, gasförmige und/
20 oder glasbildende, feste Stoffe (7) zuführbar sind und daß in dem Reaktionsgefäß (2) entstehende störende Nebenprodukte durch mindestens eine Durchführung (6) ableitbar sind.
12. Anordnung nach den Ansprüchen 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb und/oder außerhalb des Reaktionsgefäßes (2) ein nach Maßgabe der abzuscheidenden
25 Schicht dotierter Glasruß erzeugbar ist, der auf den Anfangskörper (1) aufschmelzbar ist.
- ...

13. Anordnung nach den Ansprüchen 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß eine Plasmaentladung vorhanden ist, die eine Abscheidung der Schicht unterstützt.
14. Anordnung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet,
05 daß zwischen dem Anfangskörper (1) und dem Reaktionsgefäß (2) ein elektrisches und/oder ein magnetisches Feld vorhanden ist, das die Abscheidung der Schicht begünstigt.
15. Anordnung nach den Ansprüchen 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Reaktionsgefäß (2) ein Nieder-
10 druckplasma vorhanden ist, dessen Gasdruck ungefähr fünfzehn Millibar beträgt.
16. Anordnung nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Plasmaentladung auf die Oberfläche des Anfangskörpers (1) konzentriert ist.
- 15 17. Anordnung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Plasmaentladung im wesentlichen entlang einer Mantellinie des Anfangskörpers (1) hin- und hergeführt wird.
18. Anordnung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß
20 die Plasmaentladung im wesentlichen gleichzeitig entlang einer Mantellinie des Anfangskörpers (1) erfolgt derart, daß die Abscheidung der Schicht im wesentlichen gleichzeitig erfolgt.
19. Anordnung nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch
25 gekennzeichnet, daß das Reaktionsgefäß (2) und der Anfangskörper (1) die zur Plasmaentladung nötigen Elektroden bilden.

...

20. Anordnung nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Reaktionsgefäß mindestens zwei stab- oder plattenförmige Elektroden vorhanden sind, zwischen denen eine Plasmaentladung stattfindet.
- 05 21. Anordnung nach einem der Ansprüche 9 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine schichtbildende Komponente in axialer Richtung durch das Reaktionsgefäß (2) fließt.
- 10 22. Anordnung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine schichtbildende Komponente gleichzeitig oder alternativ in gegenläufiger Richtung durch das Reaktionsgefäß (2) fließt und daß bei der Abscheidung der Schicht entstehende Nebenprodukte das Reaktionsgefäß (2) in radialer Richtung verlassen.
- 15 23. Anordnung nach einem der Ansprüche 9 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Anfangskörper (1) und dem Reaktionsgefäß (2) eine derartige Temperaturdifferenz besteht, daß die Abscheidung der Schicht durch den Thermophorese-Effekt erhöht wird.
- 20 24. Verfahren zur Weiterverarbeitung der nach einem der vorhergehenden Ansprüche hergestellten Vorform, dadurch gekennzeichnet, daß in zumindest einem weiteren Verfahrensschritt unter Anwendung einer die Vorform zumindest bereichs- oder zonenweise erweichenden Temperatur eine
- 25 Querschnittsverringering auf Lichtleitfaserquerschnitt vorgenommen wird.
- ...

3206143

- 5a - 6.

UL 82/13 kb.
UL 82/23

25. Verfahren zur Weiterverarbeitung nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die Querschnittsverringering im wesentlichen durch mindestens einen Ziehvorgang vorgenommen wird.

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH
Theodor-Stern-Kai 1
D-6000 Frankfurt (Main) 70

PTL-UL/Ja/rB
UL 82/13 kb.
UL 82/23

Beschreibung

Verfahren und Anordnung zur Herstellung einer
Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anordnung zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind, nach den Oberbegriffen der Patentansprüche 1 und 9.

- 05 Optische Fasern, auch Lichtwellenleiter genannt, werden bei optischen Nachrichtenübertragungssystemen als Übertragungsleitung benutzt.

- Bei der Herstellung optischer Fasern, insbesondere optischer Glasfasern, wird zunächst eine sogenannte Vorform
10 hergestellt, die zylinderförmig ist und die im wesentlichen die gleiche Querschnittsstruktur besitzt wie die aus dieser Vorform durch einen Ziehvorgang hergestellte optische Faser.

...

- Zur Herstellung einer derartigen Vorform sind verschiedene Verfahren geeignet. Bei den sogenannten CVD-Verfahren wird zunächst die Innenfläche eines Rohres, z.B. eines Quarzglasrohres, mit mindestens einer glasbildenden Schicht
- 05 beschichtet. Diese rohrförmige Vorform wird anschließend, zumindest in einem Teilbereich, zu einem Glasstab kollabiert, der zu einer optischen Faser ausgezogen wird. Ein derartiges CVD-Verfahren hat den Nachteil, daß eine Abscheidung von vielen Schichten, die z.B. bei einer
- 10 optischen Gradientenfaser benötigt wird, sehr zeitaufwendig ist. Außerdem ermöglicht dieses Verfahren lediglich eine geringe Abscheidungsrate der abzuschheidenden Schichten.
- 15 Bei dem sogenannten VAD-Verfahren wird auf einem Trägerstempel aus Quarz in axialer Richtung ein mit Dotierstoff versehener Quarzglasruß abgeschieden, wobei ein Sauerstoff-Wasserstoff-Brenner verwendet wird. Entsprechend dem gewünschten Brechzahlprofil der optischen Faser ist die
- 20 radiale Dotierstoffverteilung zu wählen. Während des Aufwuchsprozesses rotiert der Trägerstempel und wird axial in einer Richtung bewegt.
- Der Glasrußstab wird nach einer Behandlung mit Cl_2 -Gas, zur
- 25 Beseitigung von OH^- -Ionen, zu einem glasigen Stab gesintert. Dieser wird anschließend mit einem Quarzglasrohr überfangen, das den Mantel der optischen Faser bildet. Aus dieser Vorform wird die optische Faser gezogen. Das
- 30 VAD-Verfahren hat den Nachteil, daß es viele Verfahrensschritte erfordert. Außerdem besteht in nachteiliger Weise die Möglichkeit, daß beim Sintern chemische Verunreinigungen sowie eine Verformung des Glasrußstabes auftreten können.

...

Bei einem weiteren Verfahren werden auf der Mantelfläche eines um seine Längsachse rotierenden stab- oder rohrförmigen Trägerkörpers aus Quarzglas mehrere dotierte und/oder undotierte Quarzglasschichten abgeschieden.

- 05 Dieser Abscheidungsverfahren erfolgt mit Hilfe eines Wasserstoff-Sauerstoff-Brenners oder eines Plasmabrenners, der in axialer Richtung zum Trägerkörper bewegt wird. Nach dem Abscheidungsverfahren wird der Trägerkörper entfernt, z.B. ausgebohrt und/oder herausgeätzt, so daß eine
- 10 rohrförmige Vorform entsteht, die kollabiert und zu einer optischen Faser ausgezogen wird. Dieses Verfahren hat insbesondere folgende Nachteile:

- 15 - der Schichtaufbau in radialer Richtung dauert sehr lange, wodurch Profilstörungen der optischen Faser kaum vermeidbar sind;
- das Ausbohren und/oder Ausätzen des Trägerrohres ist sehr aufwendig und zeitraubend;
- es ist eine hohe Präzision beim Abätzvorgang erforderlich, da sonst eine Verfälschung des Brechzahlprofils
- 20 auftritt;
- störende OH^- -Verunreinigungen sind schwer vermeidbar, da bei einigen Verfahrensschritten, z.B. dem Ätzvorgang, Wasser vorhanden ist;
- 25 - das Verfahren erfordert viele mit möglichen Fehlern behaftete Verfahrensschritte.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein gattungsgemäßes Verfahren anzugeben, das eine kostengünstige und gut wiederholbare Herstellung von chemisch und

30 physikalisch hochgenauen Vorformen ermöglicht, aus denen möglichst mehrere Kilometer lange optische Fasern her-

stellbar sind, die insbesondere einen sehr niedrigen OH^- -
Ionengehalt aufweisen.

Diese Aufgabe wird gelöst durch die in den kennzeichnen-
den Teilen der Patentansprüche 1 und 9 angegebenen Merk-
05 male.

Ausgestaltungen und Weiterbildungen sind den Unteransprü-
chen entnehmbar.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungs-
beispielen und schematischer Zeichnungen näher erläutert.
10 Es zeigen

FIG. 1 einen Längsschnitt durch ein Ausführungsbeispiel

FIG. 2 einen Querschnitt durch das Ausführungsbeispiel ge-
mäß FIG. 1 an der mit A-B bezeichneten Stelle.

Der Erfindung liegt der Gedanke zugrunde, daß eine wirt-
15 schaftliche Herstellung einer Vorform nur dann möglich
ist, wenn es gelingt, den für eine optische Faser benötig-
ten Schichtenaufbau in einer möglichst kurzen Zeit vorzu-
nehmen. Außerdem soll die Vorform möglichst viel Material
enthalten, so daß eine möglichst lange optische Faser ge-
20 zogen werden kann, z.B. in einer Länge von mehr als 40
Kilometern.

Gemäß den FIG. 1 und 2 wird diese Forderung dadurch er-
reicht, daß bei einem Anfangskörper 1, z.B. einem Gra-
phitrohr, dessen äußere Mantelfläche gleichzeitig entlang
25 einer Mantellinie, parallel zur Längsachse des Anfangs-
körpers, mit einer glasbildenden Schicht beschichtet wird.

...

Es genügt dann beispielsweise eine einzige Umdrehung des Anfangskörpers 1, um die gewünschte Schicht zu erzeugen. Diese Umdrehungen sind möglich mit Hilfe jeweils einer Lagerung 3 an jedem Ende des Anfangskörpers 1 sowie einem 05 darauf aufgesetzten weiteren Rohr 4, das mit einem nicht dargestellten Antrieb verbunden ist. Der zu beschichtende Bereich des Anfangskörpers 1 ist allseitig von einem Reaktionsgefäß 2 umgeben, z.B. einem Metallrohr, in dem sich schlitzförmige Durchführungen 5, 6 befinden, die z.B. 10 einen Einlaß- und einen Auslaßschlitz bilden. Durch diese Durchführung 5 werden dem Anfangskörper 1 gleichzeitig auf der gesamten Länge des zu beschichtenden Bereichs glasbildende gasförmige und/oder feste Stoffe 7 zugeführt, z.B. gasförmiges SiCl_4 mit gasförmigen Dotierungsstoffen 15 sowie Sauerstoffgas und/oder dotierte oder undotierte kleine Glaspartikel (Glasruß). Die möglicherweise vorerwärmte Stoffe 7 werden auf dem Anfangskörper 1 zu mindestens einer Schicht verschmolzen, z.B. mittels heißer Gase 8, die durch den Innenraum des Anfangskörpers 1 geleitet 20 werden. Es ist vorteilhaft, den Anfangskörper 1 als Graphitrohr auszubilden und dieses durch unmittelbaren elektrischen Stromdurchgang zu erwärmen. Die Lagerungen 3 dienen dabei gleichzeitig als elektrische Kontakte. Während des Abscheidens der Schicht(en) wird ein Oxidieren (Verbrennen) des Graphitrohres vermieden durch ein durch das 25 Rohr geleitetes Schutzgas, z.B. Argon (Ar). Nach der Beendigung des genannten Abscheidungs Vorganges wird das erwärmte Graphitrohr mit einem oxidierenden Gas, z.B. Sauerstoff, gespült und verbrannt. Es entsteht die gewünschte 30 Vorform, aus der optische Glasfasern gezogen werden können.

Die bei der Abscheidung im Reaktionsgefäß 2 entstehenden störenden Nebenprodukte, z.B. überschüssiger Glasruß, wer-

...

- 1X - 12

UL 82/13 kb.
UL 82/23

den durch die ebenfalls schlitzförmige Durchführung 6 entfernt, z.B. abgesaugt.

Die beschriebene Abscheidung der Schicht(en) kann in vielfältiger Weise unterstützt werden. Beispielsweise ist es
05 möglich, die Stoffe 7 elektrisch zu laden, z.B. mit Hilfe einer innerhalb des Reaktionsgefäßes 2 erzeugten Plasmaentladung. Die derart geladenen Stoffe 7 sind dann bevorzugt auf den Anfangskörper 1 abscheidbar, z.B. mit Hilfe
geeignet geformter elektrischer und/oder magnetischer Felder. Außerdem ist es möglich, das Reaktionsgefäß 2 innen
10 zu verspiegeln und gegebenenfalls zusätzlich zu kühlen, so daß ein die Abscheidung begünstigender Temperaturgradient entsteht (Thermophorese).

Besonders günstig ist, in dem Reaktionsgefäß 2 ein Niederdruckplasma bei einem Druck von ungefähr 15 Millibar
15 zu erzeugen, da dann der Anfangskörper 1 bei der Abscheidung der Schicht(en) auf einer niedrigeren Temperatur gehalten werden kann. Durch eine entsprechende Temperaturwahl ist es möglich, die Schicht entweder als Glasruß
20 ("soot") oder glasig abzuscheiden. Da das Niederdruckplasma elektrisch geladene Teilchen enthält, ist es möglich, den Ort der Abscheidung zu steuern oder zu regeln. Beispielsweise kann die Plasmaentladung eine punktförmige Abscheidung auf der Oberfläche des Anfangkörpers bewirken.
25 Diese punktförmige Abscheidung wird auf der Oberfläche entlang einer Mantellinie hin- und herbewegt, bei gleichzeitiger Drehung des Anfangskörpers, so daß eine zusammenhängende Schicht abgeschieden wird. Außerdem ist es möglich, in dem Reaktionsgefäß 2 platten- und/oder stabförmige Elektroden
30 anzuordnen, die eine linienförmige Abscheidung der Schicht

...

entlang einer Mantellinie des Anfangskörpers bewirken.

Weiterhin ist es möglich, bei der Abscheidung der Schicht mindestens eine schichtbildende Komponente, z.B. Silizium-tetrachlorid-Gas (SiCl_4), in axialer Richtung durch das
05 Reaktionsgefäß strömen zu lassen. Zur Vermeidung einer konisch abgeschiedenen Schicht ist es zweckmäßig, beispielsweise die Strömungsrichtung umzukehren innerhalb eines bestimmten Zeittaktes. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, zwei entgegengesetzt gerichtete axiale Strö-
10 mungen zu wählen und die bei der Abscheidung entstehenden Nebenprodukte z.B. überschüssiger Glasruß, in der Mitte des Reaktionsgefäßes in radialer Richtung abzusaugen. Da die Abscheidung der Schicht in einem Niederdruckplasma bei einer niedrigen Temperatur, z.B. 500°C , des Anfangskör-
15 pers möglich ist, ist es zweckmäßig, die Abscheidungsrate mit Hilfe des sogenannten Thermophorese-Effektes zu erhöhen. Dieses wird beispielsweise dadurch erreicht, daß das Reaktionsgefäß 2 auf einer höheren Temperatur gehalten wird als der Anfangskörper 1. Innerhalb des Reaktionsge-
20 fäßes ist dadurch ein Temperaturgradient vorhanden, der die Abscheidungsrate erhöht.

Bei der beschriebenen Abscheidung ist es nicht notwendig, die für eine optische Glasfaser benötigte vollständige Schichtenfolge, Kern- und Mantelglas, abzuscheiden. Es ist
25 möglich, lediglich das Kernglas abzuscheiden und dieses anschließend mit einem gesondert hergestellten rohrförmigen Mantelglas zu umgeben (überfangen). Aus einer derartigen Vorform wird anschließend die optische Glasfaser gezogen.

...

3206143

- 13 - 14

UL 82/13kb.
UL 82/23

Die Weiterverarbeitung der nach der Erfindung hergestellten Vorformen erfolgt zweckmäßigerweise nach den Verfahren die in einem oder beiden der letzten Ansprüche angegeben sind.

...

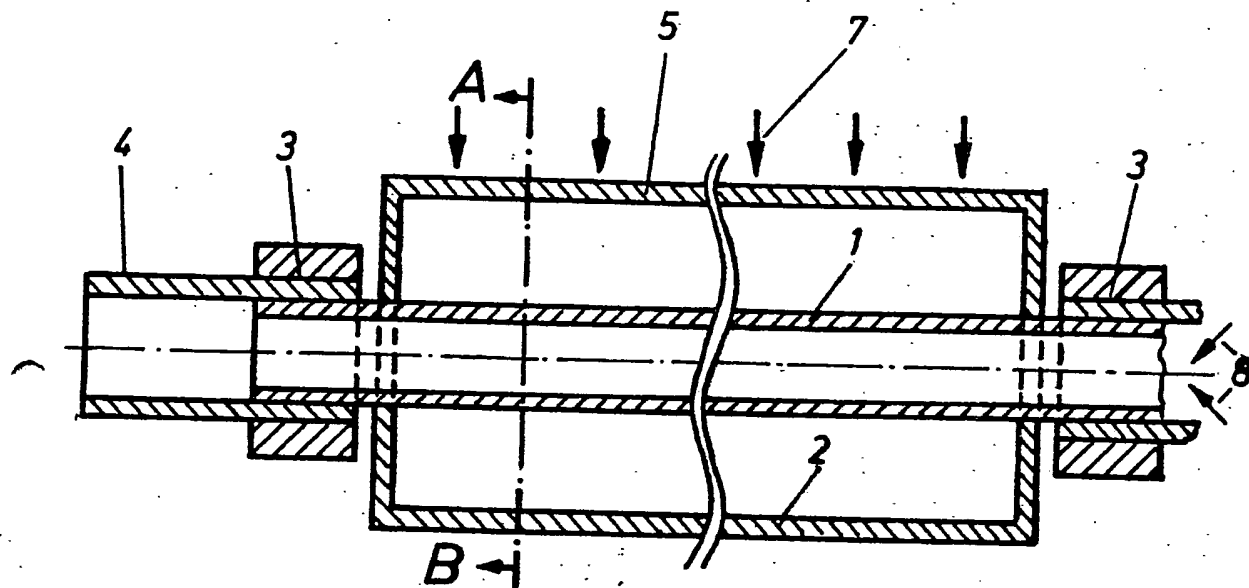


FIG. 1

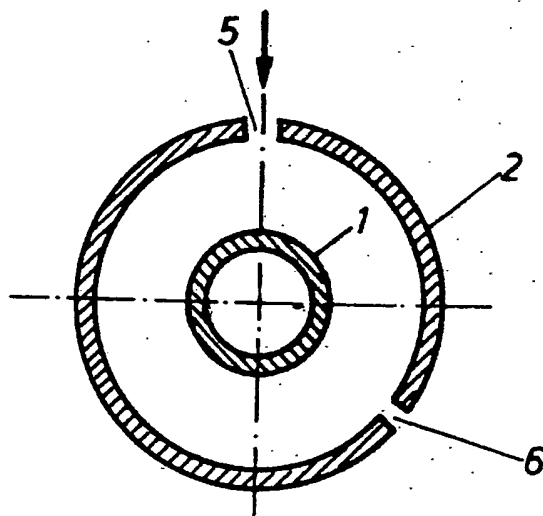


FIG. 2